



(57) 要約:

本発明においては、耐圧性のセルを用いることにより、セル内の水分の除去を短時間でできるようにした。

すなわち、本発明の第一発明は、ケイ素化合物中のシラノール基濃度を赤外線吸収スペクトル法で測定するに際し、セルにケイ素化合物を充填する前にセル内部を20 Pa以下に保持する工程および0.2～1 MPaに保持する工程を少なくとも2回繰り返し行い、しかる後にケイ素化合物をセルに導入し赤外線吸収スペクトルを測定し、該ケイ素化合物中のシラノール基の濃度を測定することを特徴とするシラノール基濃度の測定方法であり、第二発明は、20 Pa以下の減圧および0.2～1 MPaの加圧に耐える赤外線吸収スペクトル測定用セルである。

明細書

シラノール基濃度の測定方法および測定用セル

技術分野

四塩化ケイ素等のハロゲン化ケイ素化合物は水分との反応性が高く、空気中の微量な水分と容易に反応して、塩化水素ガスとシラノール基を生成する。本発明においては、ケイ素化合物中に含まれる微量のシラノール基を定量するために赤外線吸収スペクトルを利用する。また、本発明においては、耐圧の赤外線吸収スペクトル測定用セルを使用することにより迅速で高精度なシラノール基濃度の測定が可能である。

背景技術

窒化ケイ素膜の形成用材料等として好適なハロゲン化ケイ素化合物は、空気中に含まれるわずかな水蒸気に接触しただけでも加水分解して、塩化水素ガスとシラノール基を生成する。このようにして生成するシラノール基は、ハロゲン化ケイ素化合物を窒化ケイ素膜形成等に用いる際、膜の性能に悪い影響を及ぼすことが知られている。したがって、ハロゲン化ケイ素化合物の品質管理のために、該化合物のシラノール基を定量することが必要である。

ケイ素化合物中に含まれる微量なシラノール基を定量分析する方法として、赤外線吸光度法が知られており、例えば特開平 9-318525 号公報には、0.1 ppm 程度のシラノール基を測定するために、光路長すなわち赤外線が透過する試料層の長さを 50～150 mm とする赤外線吸光度法が記載されている。同公報に記載のシラノール基の測定方法においては、赤外線を透過するフッ化カルシウム製の窓がステンレス製の円筒体に取り付けられたセルが使用されている。

一般的に 0.1 ppm 以下のような微量のシラノール基を測定するためには、測定用セルに付着している微量の水分を除去した後に試料をセルに入れる必要がある。もし、水分除去が不十分なセルに試料を入れてシラノール基濃度を測定したなら、その水分とハロゲン化ケイ素化合物の反応によって生成するシラノール基が誤差として測定値に含まれてくるからである。したがって、上記特開平 9-318525 号公報に記載のシラノール基の測定方法においても、事前にセル内部に水分量が 0.5 ppm 以下の窒素ガスを多量に通気し続けるか、または窒素ガスの通気と併せて、さらに試料自体でセル内部を洗浄することが必要であった。試料が六塩化二ケイ素などのように揮発性の乏しいハロゲン化ケイ素である場合、測定済みの試料に代えて新しい試料をセルに充填する際、上記のようなセル洗浄は特に長時間をかけて行う必要があった。

上記のとおり、従来の方法ではセル内部からの水分除去に時間と手間がかかり、迅速に微量のシラノール基を測定することが困難であった。

本発明においては、0.05～0.1 ppm のレベルの微量のシラノール基を迅速、簡便に測定できる方法およびそれに用いる赤外線吸収スペクトル測定用セルの提供を目的とした。

発明の開示

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、減圧および加圧操作に耐える赤外線吸収スペクトル測定用セルを用い、セル内部の減圧と乾燥した不活性ガスによる加圧を繰り返して行うことにより、極めて短時間のうちにセル内部からの水分除去を可能にした。

すなわち、本発明における第一発明は、ケイ素化合物中のシラノール基濃度を赤外線吸収スペクトル法で測定するに際し、セルにケイ素化合物を充填する前にセル内部を20 Pa以下に保持する工程および0.2～1 MPaに保持する工程を少なくとも2回繰り返し行い、しかる後にケイ素化合物をセルに導入し赤外線吸収スペクトルを測定し、該ケイ素化合物中のシラノール基の濃度を測定することを特徴とするシラノール基濃度の測定方法であり、第二発明は、20 Pa以下の減圧および0.2～1 MPaの加圧に耐える赤外線吸収スペクトル測定用セルである。なお、PaおよびMPaはいずれも圧力の単位であり、パスカルおよびメガパスカルを意味する。これらは、 $1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ Pa}$ の関係にある。

以下、本発明についてさらに詳しく説明する。

図面の簡単な説明

図1は本発明において使用される赤外線吸収スペクトル測定用セル(以下単にセルという)セルの一例の縦断面を示す図であり、図2は正面図であり、また図3はセルを構成する部品に分解し、各部品の縦断面を示す図である。また、図4はセルに試料を供給するためのセルとその周辺の配管の結合状態を表わす概念図である。

・図1～図3における符号の説明

- 1 ……セル胴体(以下単に胴体という)
- 2 ……真空系との接続管
- 3 ……試料系との接続管
- 4, 5 ……赤外線透過窓板
- 6, 7 ……窓板押さえ
- 8, 9 ……O-リング
- 10 ……試料空間
- 11, 12 ……ガスケット

・図4における符号の説明

- 13 ……セル
- 14 ……試料容器
- 15 ……試料回収容器
- 16 ……真空度メーター
- 17 ……窒素ガス
- 18 ……矢印の先に真空ポンプ

発明を実施するための最良の形態

図1～図3に示されているセルにおける胴体1は、円筒または直方体の形状を有し、その軸方向に赤外線を通過させる。胴体1は円筒または直方体の中央部の上下に1対の開口部を有し、該開口部において配管2および配管3と接続している。図4で示すように、セルの上部にある配管2を外部の真空系と接続し、セルの下部にある配管3を外部の試料系と接続する。

胴体1における円筒または直方体の両端には、赤外線の透過性に優れる材質で作られた窓板4, 5が固定される。図1および図2に示すように、窓板4, 5と胴体1との間にO-リング8, 9を置き、また窓板4, 5と窓板押さえ6, 7との間にガスケットス11, 12を置いた状態で、窓板押さえ6, 7をボルト締めすることにより、窓板4, 5は胴体1に固定される。図2からも明らかなおとおり、窓板押さえ6, 7の中央部は赤外線を通すことができるよう空孔となっている。胴体1の好ましい形状は耐圧性に優れる点で円筒状である。

胴体1と赤外線透過窓板4, 5とにより形成される空間10に試料液が満たされ、片方の窓板から入射された赤外線は試料液中を通過した後に、もう一方の窓板を抜けて赤外線の検出部に達する。窓板4, 5に挟まれる距離すなわち赤外線が試料液に入射され出ていくまでの長さが光路長と呼ばれる。光路長の好ましい長さは、測定しようとするケイ素化合物中のシラノール基濃度によって変化する。光路長が長ければ、低濃度のシラノール基を測定することができるが、反面セルの構造体としての強度が低下する。

本発明においては、前述のとおり、0.05～0.1 ppmのレベルのシラノール基を測定することを目的としている。また、本発明においては、耐圧性に優れるセルを使用することにより、迅速なシラノール基測定を可能にしている。シラノール基の濃度とセルの耐圧性のバランスから光路長は5～40 mmが好ましい。また、窓板4, 5が薄すぎると耐圧性に劣り、窓板4, 5の厚みとしては2～8 mmが好ましい。さらに、好ましい窓径は5～20 mm径である。

胴体1を構成する好ましい材料は、ケイ素化合物および塩化水素等に対する耐食性に優れるハステロイまたはステンレスが好ましい。赤外線透過窓板4, 5に用いる基材としては、シラノール基を検出する $4000\sim3000\text{ cm}^{-1}$ の赤外線を透過させる材料であればよく、例えば臭化カリウム、塩化カリウム、塩化ナトリウム、フッ化カルシウム、ゲルマニウム、ケイ素、セレン化亜鉛、サファイヤおよび石英等が利用できる。このうち強度的に優れ、破損が生じ難い点で、ゲルマニウム、ケイ素、セレン化亜鉛、サファイヤおよび石英が好ましく、さらに好ましくはセレン化亜鉛、サファイヤおよび石英である。また、O-リング8, 9およびガスケット11, 12の材質としては、バイトン、カルレッツまたはテフロン等が好ましい。

本発明においては、セル内に付着する微量の水分を効率よく短時間のうちに除去するために、セル内を一旦20 Pa以下の気圧にした後に乾燥した不活性ガス、具体的には水分量が0.1 ppm以下の窒素ガス等によりセル内気圧を0.2～1 MPaにするという減圧・加圧の操作を2回以上行なった後に、試料をセル内に充填する。

本発明のセルは、図4に表されるように、配管2、配管3を通して真空系および試料系と接続されている。

セルに試料を供給する前には、セル内を真空ポンプにより20Pa以下にまで減圧にし、次いで乾燥した不活性ガスを加圧導入する。加圧にする際の圧力は少なくとも0.2MPaであるが、加圧が過ぎるとセルが破損するため、上限は1MPaである。この減圧と不活性ガスによる加圧の操作を少なくとも2回好ましくは5回以上繰り返すことにより、セル内の水分はほぼ完全に除去される。

上記の操作に耐える耐圧性のセルであって、しかも0.05～0.1ppmという微量のシラノール基を測定できるセルとしては、光路長を5～40mm、窓径を5～20mm径かつ窓板の厚みを2～8mmの範囲とし、胴体をステンレスまたはハステロイ等の金属で成形したセルが挙げられる。窓材として石英またはサファイヤを用いたセルでは、3MPaの加圧に耐えることができる。不活性ガスによるセル内部の乾燥操作において高い圧力を採用すれば、減圧と加圧の繰り返し回数が少なくてもセル内部を乾燥させることができる。

図4に表わされる試料充填システムによれば、試料のセルへの供給は、試料を外気と接触させることなく配管を通じ行うことができる。試料容器とセル内部との圧力差を利用して、配管を通じ試料容器からセルに液体試料を送ることができる。セル内に試料を充填した後、赤外線吸収スペクトルを測定する。赤外線吸収スペクトルの測定後には、不活性ガスを加圧導入して試料をセルから回収容器に排出する。さらに、配管およびセル内部に対して、前記した減圧と不活性ガスによる加圧操作を行うことにより、それらに付着して残る試料を除去することができ、次の試料の測定が可能な状態が得られる。

このようにして、本発明によれば、長時間の不活性ガスの通気や大量の試料の使用によりセル内を洗浄するという操作によらなくても、微量のシラノール基を高精度に測定することができる。また、本発明においては、試料のセルへの供給がクローズドシステムの中で行われるため、グローブボックスを使用する必要がない。

本発明のセルは単独で用いても良いが、窓板の破損が生じた場合の危険の回避のために、赤外線透過用の一對の窓を有する防護ケースによりセル全体を覆った状態で使用してもよい。

本発明において測定対象となる試料は、液体の有機または無機のケイ素化合物および六フッ化二ケイ素等の常圧でガス状のケイ素化合物であり、かかるケイ素化合物は単一化合物であってもよいしまた混合物であってもよい。さらに、有機溶媒等に溶解する固体のケイ素化合物は、溶液試料として赤外線吸収スペクトルを測定できるため、本発明の測定方法の測定対象に含まれる。本発明において、特に好ましい測定試料は四塩化ケイ素または六塩化二ケイ素等のハロゲン化ケイ素およびアルコキシシラン等である。

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。

○実施例1

測定用セルとして、図1の構造を有するものであって、下記仕様のセルを用いた。

胴体材質：ハステロイ、胴体サイズ：40mmφ×40mm（外寸）

赤外線透過用窓材：セレン化亜鉛（有効受光径15mmφ）

光路長：2cm

配管：SUS304製1/4 インチ管

分析装置および測定条件：ニコレー製Magna750型フーリエ変換赤外線分析装置

分光分析装置〔検出器：DTGS、ビームスプリッタ：臭化カリウム、分解能： 4cm^{-1} 、測定波数域： $4000\sim 3000\text{cm}^{-1}$ 、積算回数：32回〕

本発明のセルを赤外線分光分析装置に取り付け、図4に示す位置関係に、該セルと真空系および試料系とを接続した。まずセル内を真空ポンプで 2.0Pa 以下になるまで約1分間排気した後、乾燥窒素ガスを 0.5MPa まで加圧導入する操作を5回繰り返した。

セル内部に窒素ガスを満たした状態でバックグラウンドスペクトルを測定した。再度セル内を真空にし、六塩化二ケイ素（東亜合成株式会社製）を試料容器から配管内を通してセル内に導入して1回目のスペクトルを測定した。

測定が終了した六塩化二ケイ素試料をセルから回収容器に排出し、セルおよび配管内に残存した試料を除去するため、真空ポンプで10分間排気した後に窒素ガスを 0.5MPa まで加圧導入した。その後再び1分間の真空と加圧を5回繰り返したところ、残存試料は除去されて真空度が 2.0Pa 以下まで下がり、1回目と同様の操作で六塩化二ケイ素をセルに満たしてスペクトルを測定した。

得られた赤外線吸収スペクトルには1回目、2回目ともにシラノール基のOH基による伸縮振動特性吸収ピークが 3650cm^{-1} に観測され、その吸光度はそれぞれ 0.0012 と 0.0013 であった。既知濃度のトリメチルシラノール標準試料との比較により、各回のシラノール基濃度は $3.9\text{ }\mu\text{mol/L}$ 、 $4.2\text{ }\mu\text{mol/L}$ （OH基重量比換算で 0.04ppm ）との値となった。

産業上の利用可能性

本発明のケイ素化合物中のシラノール基濃度の測定方法は、窒化ケイ素膜等の電子材料用に用いられるケイ素化合物の品質管理に用いることができる。また、本発明の耐圧性の赤外線吸収スペクトル測定用セルは、ケイ素化合物に限らず、種々の化合物の赤外線スペクトル測定用に使用することができ、圧縮液化ガスに対しては最適である。

請求の範囲

1. ケイ素化合物中のシラノール基濃度を赤外線吸収スペクトル法で測定するに際し、セルにケイ素化合物を充填する前にセル内部を20 Pa以下に保持する工程および0.2～1 MPaに保持する工程を少なくとも2回繰り返し行い、しかる後にケイ素化合物をセルに導入し赤外線吸収スペクトルを測定し、該ケイ素化合物中のシラノール基の濃度を測定することを特徴とするシラノール基濃度の測定方法。
2. 20 Pa以下の減圧および0.2～1 MPaの加圧に耐える赤外線吸収スペクトル測定用セル。
3. ステンレスまたはハステロイからなる胴体および赤外線透過窓板からなり、光路長が5～40 mmで前記窓板の厚みが2～8 mmである請求項2記載の赤外線吸収スペクトル測定用セル。
4. ステンレスまたはハステロイからなる胴体および石英またはサファイヤからなる赤外線透過窓板からなり、光路長が5～40 mmで前記窓板の厚みが2～8 mmである3 MPa以下の加圧に耐える赤外線吸収スペクトル測定用セル。

図 1

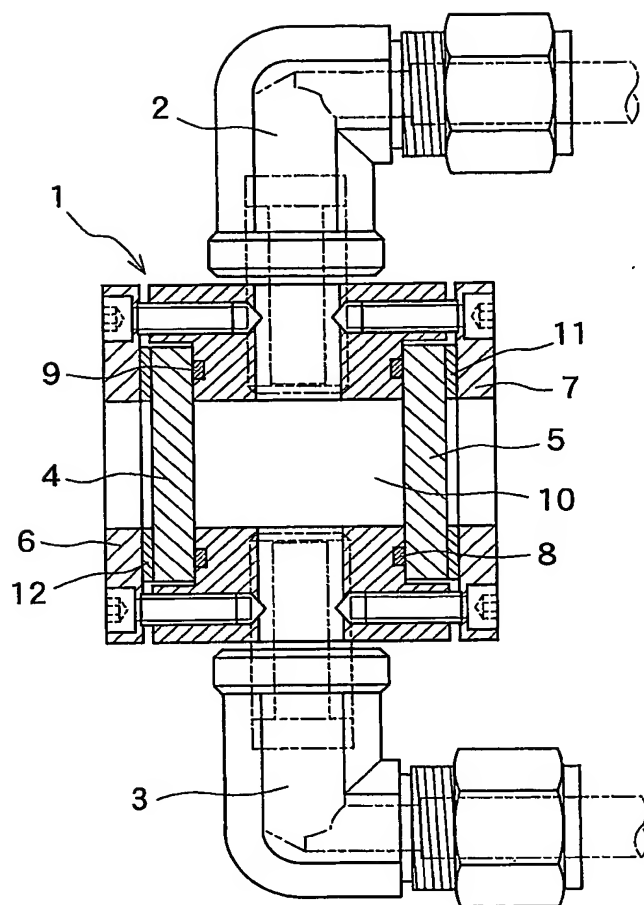


図 2

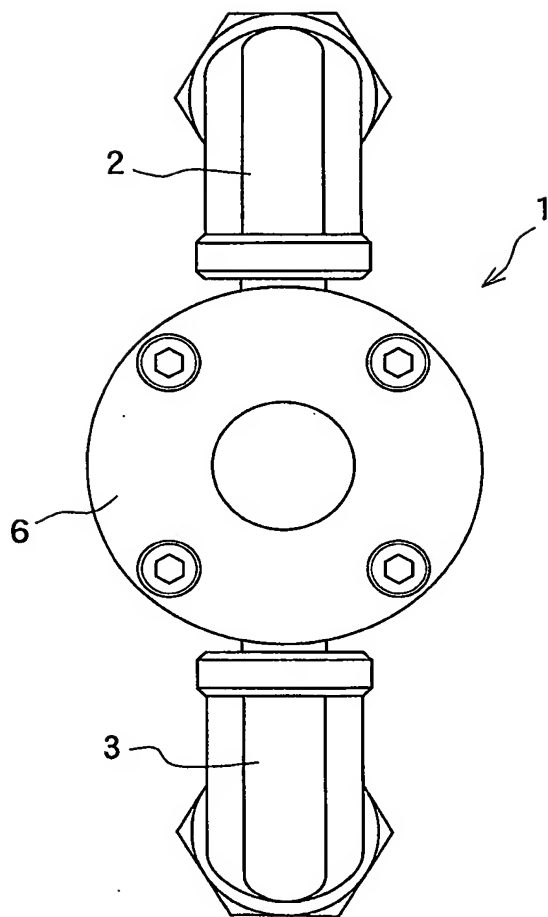


図 3

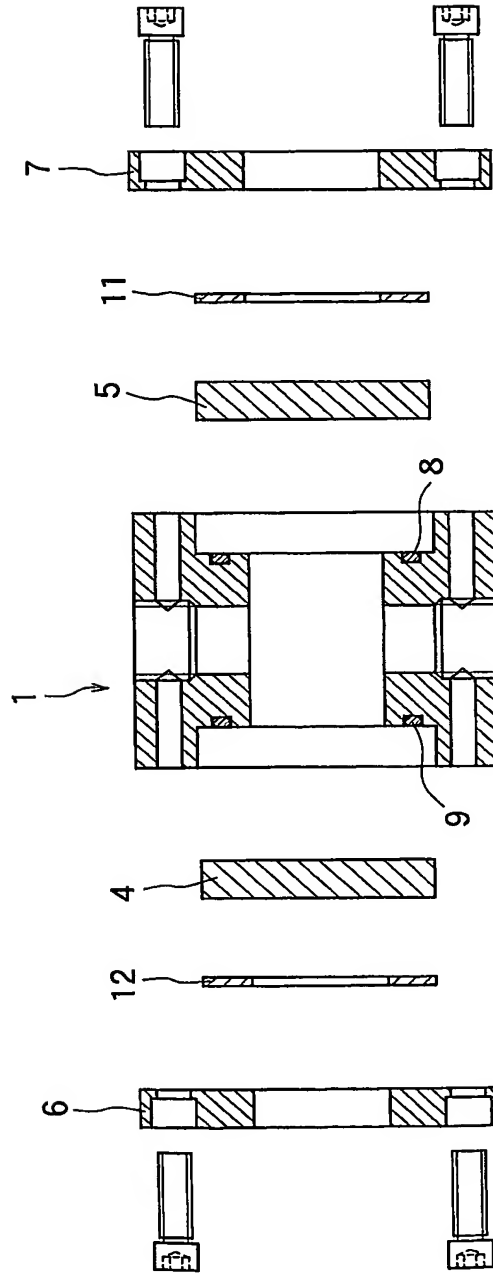
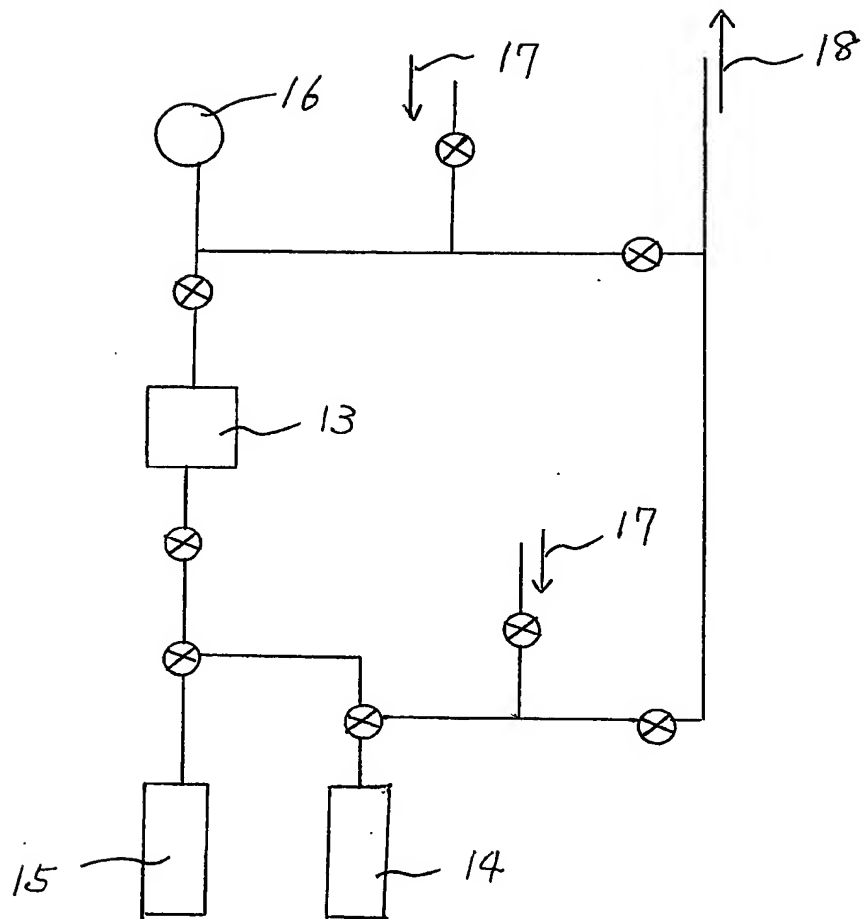


図 4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/10124A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ G01N21/35, G01N21/03

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ G01N21/00-21/61Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
WPI/L, PATOLIS

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-22648 A (Mitsubishi Rayon Co., Ltd.), 23 January, 2002 (23.01.02), Full text (Family: none)	1
A	JP 2001-208683 A (Toagosei Co., Ltd.), 03 August, 2001 (03.08.01), Full text (Family: none)	1
E,A	JP 2003-35667 A (Toagosei Co., Ltd.), 07 February, 2003 (07.02.03), Full text (Family: none)	1

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
--	---

Date of the actual completion of the international search
11 November, 2003 (11.11.03)Date of mailing of the international search report
25 November, 2003 (25.11.03)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/10124

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 97/14951 A (Shell International Research Maatschappij B.V.), 24 April, 1997 (24.04.97), Full text & JP 11-513795 A	4
Y	JP 2002-71551 A (Japan Science and Technology Corp.), 08 March, 2002 (08.03.02), Full text (Family: none)	2-4
Y	JP 2001-108610 A (Kabushiki Kaisha Apurikusu), 20 April, 2001 (20.04.01), Full text (Family: none)	2-4
Y	JP 2000-210550 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 02 August, 2000 (02.08.00), Full text (Family: none)	2-4
Y	JP 10-176988 A (Teramecs Co., Ltd.), 30 June, 1998 (30.06.98), Full text (Family: none)	2-4
Y	JP 7-209158 A (The Institute of Physical and Chemical Research), 11 August, 1995 (11.08.95), Full text (Family: none)	2-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/10124**Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

Claim 1 recites an invention relating to intra-cell pressure reduction and pressurization procedure for the removal of intra-cell moisture in the measurement of the concentration of silanol groups in a silicon compound according to infrared absorption spectroscopy.

Claims 2 and 3 recite an invention relating to a general-purpose cell for infrared absorption spectroscopy measurement which can withstand high vacuum and high pressure limited in claim 1.

On the other hand, claim 4 recites an invention relating to the particular of the structure of general-purpose cell for infrared absorption spectroscopy (continued to extra sheet)

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

Continuation of Box No.II of continuation of first sheet(1)

measurement which is not specified with respect to the lower limit of vacuum resistance although specified with respect to the upper limit of pressure resistance as different from claims 1-3.

Between the inventions of claims 1-3 on the one hand and the invention of claim 4 on the other hand, there is no common matter considered as special technical features within the meaning of PCT Rule 13.2, second sentence, and no technical relationship within the meaning of PCT Rule 13 cannot be found at all.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G01N21/35; G01N21/03

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G01N21/00-21/61

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2003年
日本国登録実用新案公報	1994-2003年
日本国実用新案登録公報	1996-2003年

国際調査で使用了電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI/L PATOLIS

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2002-22648 A(三菱レーヨン株式会社), 2002. 01. 23, 全文, (ファミリーなし)	1
A	JP 2001-208683 A(東亜合成株式会社), 2001. 08. 03, 全文, (ファミリーなし)	1
EA	JP 2003-35667 A(東亜合成株式会社), 2003. 02. 07, 全文, (ファミリーなし)	1
Y	WO 97/14951 A(シエル・インターナショナル・リサーチ・マチュアビ・イ・ベー・ワイ), 1997. 04. 24, 全文, &JP 11-51379 5 A	4
Y	JP 2002-71551 A(科学技術振興事業団), 2002. 03. 08, 全文, (ファミリーなし)	2-4
Y	JP 2001-108610 A(株式会社アプ リクス), 2001. 04. 20, 全文, (ファミリーなし)	2-4
Y	JP 2000-210550 A(工業技術院長), 2000. 08. 02, 全文, (ファミリーなし)	2-4
Y	JP 10-176988 A(テラメックス株式会社), 1998. 06. 30, 全文, (ファミリーなし)	2-4

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

11. 11. 03

国際調査報告の発送日

25.11.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

樋口 宗彦



2W

9118

電話番号 03-3581-1101 内線 3290

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 7-209158 A(理化学研究所), 1995. 08. 11, 全文, (ファミリーなし)	2-4

第Ⅰ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 _____ は、この国際調査機関が調査することを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅱ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求の範囲1には、ケイ素化合物中のシラノール基濃度を赤外線吸収スペクトル法で測定する際の、セル中の水分除去のためのセル内減圧・加圧手順に関する発明が記載されている。

請求の範囲2、3には、請求の範囲1に於いて限定された高真空および高压に耐えうる汎用の赤外線吸収スペクトル測定用セルの発明が記載されている。

一方、請求の範囲4には、請求の範囲1-3とは異なる耐圧性の上限值のみ有し、耐真空度の下限値は特に定めのない汎用の赤外線吸収スペクトル測定用セルの構造の詳細に関する発明が記載されている。

請求の範囲1-3に係る発明と請求の範囲4に係る発明とは、PCT規則13.2の第2文の意味に於いて特別な技術的特徴と考えられる共通の事項を備えておらず、PCT規則13の意味における技術的な関連を見出すことはできない。

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。